

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 11-354359

(43) Date of publication of application : 24.12.1999

(51) Int.CI. H01F 41/02  
B22F 3/00  
H01F 1/24

(21) Application number : 10-161913

(71) Applicant : HITACHI LTD  
HITACHI POWDERED METALS CO  
LTD

(22) Date of filing : 10.06.1998

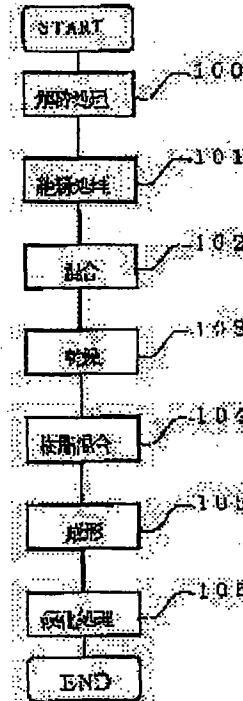
(72) Inventor : BABA NOBORU  
DOI MASAYUKI  
ASAKA KAZUO  
ISHIHARA KAZUO

## (54) METHOD AND DEVICE FOR MANUFACTURING DUCT CORE

### (57) Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To suppress eddy current loss in a dust core by perfectly forming an electric insulating layer for each magnetic powder grain.

**SOLUTION:** In a step 100, a cracking process wherein a secondary coagulation of the magnetic powder is released is performed. This cracking process is performed before an insulation process in the net step 101. The magnetic powder wherein the secondary coagulation is released is performed with an insulation process in the step 101, for evenly forming an electric insulation layer on each surface of the magnetic powder. The magnetic powder wherein the electric insulation layer is formed on the surface is mixed in a step 102, and dried in a step 103. Then in a step 104, a polyimide resin, etc., is added as a bonding agent to the magnetic powder for mixing. After that, in a step 105, it is molded to a dust core under compression. Lastly, it is dried in a step 106.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.12.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3421944

[Date of registration] 25.04.2003

特開平11-354359

(43)公開日 平成11年(1999)12月24日

(51) Int.Cl.  
H 01 F 41/02  
B 22 F 3/00  
H 01 F 1/24

識別記号

F I  
H 01 F 41/02  
B 22 F 3/00  
H 01 F 1/24

D  
B

審査請求 未請求 請求項の数9 OI (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平10-161913  
(22)出願日 平成10年(1998)6月10日

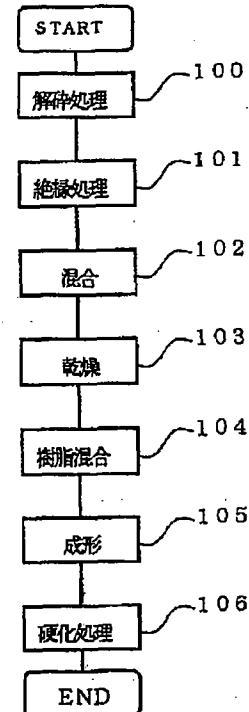
(71)出願人 000005108  
株式会社日立製作所  
東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地  
(71)出願人 000233572  
日立粉末冶金株式会社  
千葉県松戸市稔台520番地  
(72)発明者 馬場 昇  
茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内  
(72)発明者 土井 昌之  
茨城県日立市大みか町七丁目1番1号 株式会社日立製作所日立研究所内  
(74)代理人 弁理士 鵜沼 辰之

最終頁に続く

## (54)【発明の名称】圧粉磁心の製造方法及び製造装置

## (57)【要約】

【課題】 磁性粉の一つ一つに電気絶縁層を完全に形成することにより、圧粉磁心の渦電流損を小さく抑える。  
 【解決手段】 ステップ100において、磁性粉の二次凝集を解きほぐす解碎処理が行われる。この解碎処理は、次のステップ101での絶縁処理以前に行われる。二次凝集が解きほぐされた磁性粉は、ステップ101において絶縁処理が行われ、磁性粉の一つ一つの表面に電気絶縁層が均一に形成される。そして、表面に電気絶縁層が形成された磁性粉は、ステップ102において混合され、更にステップ103において乾燥される。次に、ステップ104において、接着剤としてポリイミド樹脂等が磁性粉に加えられ混合される。その後、ステップ105において、圧縮により圧粉磁心として成形される。そして最後に、ステップ106において乾燥される。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 磁性粉を絶縁処理して当該磁性粉の表面に電気絶縁層を形成するとともに、その電気絶縁層を形成した磁性粉に樹脂を混合して成形することにより、圧粉磁心を製造する圧粉磁心の製造方法において、前記電気絶縁層の形成前に前記磁性粉の二次凝集を解きほぐす解碎処理を行うことを特徴とする圧粉磁心の製造方法。

【請求項2】 請求項1に記載の圧粉磁心の製造方法において、

前記解碎処理を行った前記磁性粉に、磷酸、硼酸、マグネシウムイオン、界面活性剤及び防錆剤を含む絶縁層形成処理液を混合した後、該混合物を乾燥させ前記磁性粉を絶縁処理することを特徴とする圧粉磁心の製造方法。

【請求項3】 請求項1に記載の圧粉磁心の製造方法において、

前記解碎処理は、V型又はWコーン型のミキサーもしくはボールミルを用いて、磁性粉に衝撃や振動を与えることによって行われることを特徴とする圧粉磁心の製造方法。

【請求項4】 磁性粉を絶縁処理して当該磁性粉の表面に電気絶縁層を形成する絶縁処理手段と、前記電気絶縁層が形成された磁性粉に樹脂を混合する混合手段と、樹脂混合後の磁性粉を成形して圧粉磁心を製造する成形手段と、を含む圧粉磁心の製造装置において、

前記電気絶縁層の形成前に前記磁性粉の二次凝集を解きほぐす解碎処理を行う解碎処理手段を設けたことを特徴とする圧粉磁心の製造装置。

【請求項5】 請求項4に記載の圧粉磁心の製造装置において、

前記解碎処理手段は、磁性粉に衝撃や振動を与えるV型又はWコーン型のミキサーもしくはボールミルであることを特徴とする圧粉磁心の製造装置。

【請求項6】 重量で、粒径150μm以上20～30%、粒径-150～106μm20～30%、粒径-106～74μm20～30%、粒径-74～62μm5～10%、粒径-62～45μm及び粒径45μm以下5%以下を有することを特徴とする磁性粉。

【請求項7】 重量で、粒径150μm以上20～30%、粒径-150～106μm20～30%、粒径-106～74μm20～30%、粒径-74～62μm10～20%、粒径-62～45μm10～20%及び粒径45μm以下10～20%を有することを特徴とする磁性粉。

【請求項8】 電気絶縁層を有する磁性粉を樹脂に混合して成形された磁心において、

前記磁性粉は重量で、粒径150μm以上20～30%、粒径-150～106μm20～30%、粒径-106～74μm20～30%、粒径-74～62μm5～10%、粒径-62～45μm及び粒径45μm以下

5%以下を有することを特徴とする磁心。

【請求項9】 電気絶縁層を有する磁性粉を樹脂に混合して成形された磁心において、

前記磁性粉は重量で、粒径150μm以上20～30%、粒径-150～106μm20～30%、粒径-106～74μm20～30%、粒径-74～62μm10～20%、粒径-62～45μm10～20%及び粒径45μm以下10～20%を有することを特徴とする磁心。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は圧粉磁心の製造方法及び製造装置に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】一般に、高周波用変圧器、リアクトル、サイリスタバルブ、ノイズフィルタ、チョークコイル等の高周波コイルとして圧粉磁心が用いられている。このような圧粉磁心は、低鉄損でかつ高磁束密度であることは勿論のこと、それらの磁気特性が高周波領域においても低下しないことが求められている。

【0003】鉄損には磁心の固有抵抗値と関係が深い渦電流損と、磁性粉（鉄粉）の製造過程及びその後のプロセス履歴から生じるヒステリシス損がある。このうち渦電流損は周波数の二乗に比例して大きくなるので、高周波での特性を向上させるためには、渦電流損を下げる事が重要となる。渦電流損を下げるには渦電流を小さな領域に閉じ込めればよいので、一般的には、個々の粒子が絶縁された磁性粉から圧粉磁心が製造されている。

【0004】従来の製造方法としては、磁性粉を絶縁処理して、磁性粉の表面に電気絶縁層を形成し、その電気絶縁層が形成された磁性粉に接着剤として樹脂を混合するとともに圧縮により成形を行って、圧粉磁心を製造する圧粉磁心の製造方法が知られている。

【0005】しかし、上記製造方法では、電気絶縁層による絶縁が不十分であると、渦電流損が大きくなるという欠点がある。絶縁性を良くするために電気絶縁層を厚くすることが考えられるが、電気絶縁層が厚くなると磁心中の磁性粉の占める割合が低下し、結果的に磁束密度が低下してしまう。また、磁束密度を向上させるために密度を上げようとして、高圧力で圧縮成形すると成形時の歪が大きくなり、ヒステリシス損が大きくなり、鉄損の増大を招いてしまう。

【0006】良好な圧粉磁心を製造するには、密度を下げることなく圧粉磁心の固有抵抗を上げることが重要であり、そのためには、薄くて且つ絶縁性の良好な電気絶縁層で磁性粉を覆うことが必要である。

【0007】このような電気絶縁層を形成する方法として、磁性粉に対して磷酸塩化成処理を施すことが、特開平6-260319号公報、特開昭62-22410号公報、及び特開昭63-70504号公報等において開示

されている。

【0008】また、本出願人も特開平9-109074号公報において、固有抵抗が上がらない原因として、絶縁層形成時に鋳が磁性粉上に発生することに着目し、鋳の発生を防止した絶縁層形成処理液を用いて絶縁処理を施すのが効果的であることを提案している。

### 【0009】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記従来の技術によって絶縁処理された磁性粉を用いて圧粉磁心を製造しても、その圧粉磁心の固有抵抗及び透磁率はあまり大きくならない。大きくならない原因を調べてみると、磁性粉の一部が凝集（二次凝集）しているためであることが分かった。すなわち、絶縁層形成時に磁性粉上に完全に絶縁層が形成されていても、磁性粉の一部が凝集していると、後工程で熱硬化性樹脂粉を混合したときに、凝集していた磁性粉の一部が剥離して磁性粉の表面に電気絶縁層のない部分が露出し、その結果、渦電流損が大きくなるからである。

【0010】本発明の目的は、磁性粉の一つ一つに電気絶縁層を完全に形成することにより、渦電流損を小さく抑えることのできる圧粉磁心の製造方法及び製造装置を提供することである。

### 【0011】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために、請求項1に記載の発明は、磁性粉を絶縁処理して当該磁性粉の表面に電気絶縁層を形成するとともに、その電気絶縁層を形成した磁性粉に樹脂を混合して成形することにより、圧粉磁心を製造する圧粉磁心の製造方法において、前記電気絶縁層の形成前に前記磁性粉の二次凝集を解きほぐす解碎処理を行うことを特徴としている。

【0012】このように、電気絶縁層の形成前に解碎処理を行っておけば、凝集していた磁性粉は一つ一つに分離されてから絶縁処理されるので、磁性粉の一つ一つに電気絶縁層を完全に形成することができる。その結果、後工程で熱硬化性樹脂粉を混合したときでも、磁性粉の表面に電気絶縁層のない部分が露出することなく、圧粉磁心として成形したときに、その渦電流損を小さく抑えることができる。

【0013】前記解碎処理を行った前記磁性粉は、請求項2のように、磷酸、硼酸、マグネシウムイオン、界面活性剤及び防錆剤を含む絶縁層形成処理液を混合した後、該混合物を乾燥させて絶縁処理を行うとよい。このようにすると、磁性粉に表面に薄くて且つ絶縁性の良好な電気絶縁層を形成することができる。

【0014】また、前記解碎処理は、請求項3のように、V型又はWコーン型のミキサーもしくはボールミルを用いて、磁性粉に衝撃や振動を与えることによって行うことができる。上記ミキサーやボールミルを用いて解碎処理する場合、20～30 rpmの回転速度のときは、60分以上の解碎時間が必要で、90分以上の解碎

時間が好ましい。なお、120分解碎すれば充分であり、120分を越えての解碎は無駄である。

【0015】請求項4に記載の発明は、磁性粉を絶縁処理して当該磁性粉の表面に電気絶縁層を形成する絶縁処理手段と、前記電気絶縁層が形成された磁性粉に樹脂を混合する混合手段と、樹脂混合後の磁性粉を成形して圧粉磁心を製造する成形手段と、を含む圧粉磁心の製造装置において、前記電気絶縁層の形成前に前記磁性粉の二次凝集を解きほぐす解碎処理を行う解碎処理手段を設けたことを特徴としている。

【0016】上記構成によれば、電気絶縁層の形成前に、解碎処理手段によって磁性粉を解碎処理することができ、請求項1の場合と同様に、圧粉磁心として成形したときの渦電流損を小さく抑えることができる。

【0017】解碎処理手段としては、請求項5のように、磁性粉に衝撃や振動を与えるV型又はWコーン型のミキサーもしくはボールミルがある。

【0018】請求項6及び請求項7に記載の発明は、解碎処理された磁性粉に関するものである。すなわち、請求項6に記載の発明は、重量で、粒径150 μm以上20～30%、粒径-150～106 μm 20～30%、粒径-106～74 μm 20～30%、粒径-74～62 μm 5～10%、粒径-62～45 μm 及び粒径45 μm以下5%以下を有することを特徴としている。

【0019】また、請求項7に記載の発明は、重量で、粒径150 μm以上20～30%、粒径-150～106 μm 20～30%、粒径-106～74 μm 20～30%、粒径-74～62 μm 10～20%、粒径-62～45 μm 10～20%及び粒径45 μm以下10～20%を有することを特徴としている。

【0020】請求項8及び請求項9に記載の発明は、請求項6及び請求項7の磁性粉を用いて成形された磁心に関するものである。すなわち、請求項8に記載の発明は、電気絶縁層を有する磁性粉を樹脂に混合して成形された磁心において、前記磁性粉は重量で、粒径150 μm以上20～30%、粒径-150～106 μm 20～30%、粒径-106～74 μm 20～30%、粒径-74～62 μm 5～10%、粒径-62～45 μm 及び粒径45 μm以下5%以下を有することを特徴としている。

【0021】また、請求項9に記載の発明は、電気絶縁層を有する磁性粉を樹脂に混合して成形された磁心において、前記磁性粉は重量で、粒径150 μm以上20～30%、粒径-150～106 μm 20～30%、粒径-106～74 μm 20～30%、粒径-74～62 μm 10～20%、粒径-62～45 μm 10～20%及び粒径45 μm以下10～20%を有することを特徴としている。

### 【0022】

【発明の実施の形態】以下に、本発明の実施の形態を図

面に従って説明する。図1は本発明に係る圧粉磁心の製造工程を示した流れ図である。図に示すように、まず、ステップ100において磁性粉の解碎処理が行われる。この解碎処理は、次のステップ101での絶縁処理以前に行われる。この点が本発明の特徴部分である。通常、磁性粉の一部は凝集（二次凝集）しており、磁性粉に対して解碎処理を行うことにより、磁性粉の凝集を解きほぐすことができる。このような解碎処理は、V型又はWコーン型のミキサーもしくはボールミル等の解碎処理装置を用いて行うことができる。これについては後述する。

【0023】解碎処理されて凝集を解かれた磁性粉は、ステップ101において絶縁処理が行われる。凝集を解かれた磁性粉は個々に分離しており、絶縁処理を行うことによって、磁性粉の一つ一つの表面に電気絶縁層を均一に形成することができる。そして、表面に電気絶縁層が形成された磁性粉は、ステップ102において混合され、更にステップ103において乾燥される。

【0024】次に、ステップ104において、接着剤としてポリイミド樹脂等の熱硬化性が磁性粉に加えられ混合される。その後、ステップ105において、圧縮により圧粉磁心として成形される。そして最後に、ステップ106において乾燥し硬化処理される。

【0025】上記解碎処理を行うための装置としては、図2や図3の解碎処理装置がある。図2はV型ミキサーである。このV型ミキサー1はステンレス製のV型容器2を有し、このV型容器2の左右側面には回転軸3、4が取り付けられている。回転軸3は軸受5に、回転軸4は支持棒6先端の軸受7にそれぞれ回転自在に支持されている。また、V型容器2の回転を制御する回転制御部8が設けられ、この回転制御部8の内部にはモータが設けられている。

【0026】磁性粉Pは投入口2A又は2BからV型容器2内に投入される。V型容器2を回転させるときは、投入口2A又は2Bには蓋体（図示せず）が取り付けられ、V型容器2内は密閉される。そして、回転制御部8内のモータで回転軸3を回転駆動することによって、V型容器2は図の矢印A方向に回転し、V型容器2内の磁性粉Pが解碎される。解碎された磁性粉PはV型容器2下部の排出口2Cから排出され、V型容器2下方に配置された回収容器9に回収される。なお、ここではV型容器2の回転数は20～30 rpmに設定されている。

【0027】図3はボールミルである。このボールミル10は容器11を有し、この容器11の中には複数個のボール12が収容されている。容器11及びボール12共にSUS304で形成されている。容器11の外周面には放熱用フィン11Aが設けられている。

【0028】容器11の上部には開口部11Bが設けられ、容器11内に磁性粉Pを投入した後には、開口部11Bには蓋体13が取り付けられる。蓋体13の中央部

には回転軸14が取り付けられており、この回転軸14は蓋体13を押さえて蓋体13が容器11から外れるのを防ぐとともに、回転軸14を回転させることによつて、容器11を矢印B方向に回転（自転）させることができる。また、蓋体13にはガス導入弁15と真空弁16が取り付けられている。

【0029】容器11内の磁性粉Pを解碎処理する際には、真空弁16を介して容器11内を真空引きした後、ガス導入弁15から容器11内にAr（アルゴン）を導入する。そして、回転軸14を回転させるとともに、容器11全体を図のOを中心にして矢印C方向に回転（公転）させる。矢印C方向に回転させることによって、ボール12には矢印D方向の遠心力が加わり、ボール12は容器11の一側（図の右側）に寄ろうとするが、回転軸14を中心にして容器11が回転（自転）しているので、ボール12は容器11の他側（図の左側）戻され、結局、ボール12は容器11の内部で左右に激しく動かされることになり、これによって、容器11内部に投入された磁性粉Pを解碎することが可能となる。なお、ここでボール12は直径10mmの大きさで、磁性粉250gに対して200個入れられ、容器11の自転方向の回転数は150rpmに設定されている。

【0030】解碎処理装置としては、上述したV型ミキサーやボールミルだけでなく、Wコーン型ミキサーでも磁性粉Pを解碎することができる。また、容器内の磁性粉Pに高圧ガスを吹き付けて磁性粉Pを攪拌するようにもよいし、容器内の磁性粉Pに超音波を与えて磁性粉Pを激しく振動させるようにしてもよい。

【0031】次に本発明の実施例について説明する。

### 【0032】

【実施例1】まず、本出願人は、鉄損と固有抵抗の関係について着目し、図4に示すように固有抵抗が2Ω・cm以上で鉄損が小さく安定できることを実験により見い出した。そこで、目標とする固有抵抗値は2Ω・cm以上とした。但し、長期の寿命を考慮すると10Ω・cmが望ましい。

【0033】平均粒径70μmのアトマイズ球状鉄粉をV型ミキサーに投入し、30rpmの回転速度で30分、60分、90分、120分及び240分間の解碎処理を施した解碎磁性粉をそれぞれ用意するとともに、比較のため解碎処理を行わない磁性粉を用意した。

【0034】また、絶縁層形成処理液として、水1リットルに、磷酸20g、硼酸4g、MgO4gを溶解し、界面活性剤としてEF-104（トーケミプロダクツ製）を0.1重量%、防錆剤としてベンゾトリアゾール0.04molを加えたものを用意した。

【0035】それぞれの磁性粉1kgに対し絶縁層形成処理液を50mol添加し、V型ミキサーを用いて30分間混合し、温風循環型恒温槽を用いて180℃で60分間乾燥させ、磁性粉粒子表面の絶縁処理を行った。

【0036】次に、接着剤としてポリイミド樹脂を2重量%添加し、離型剤としてステアリン酸リチウムを0.1重量%添加混合した後、金型に充填し、500MPaの圧力で圧縮成形した。その後、200°Cで4時間硬化して、60mm×10mm×10mmの柱状圧粉磁心試験片を作製した。

【0037】この試験片を用いて鉄損及び渦電流損に影響の大きい固有抵抗を測定した。測定結果を図5に示す。図5より、磁性粉を解碎することによって、解碎しない場合より高い固有抵抗が得られることが明らかである。また、解碎時間が長くなるにつれて固有抵抗が大きくなり、解碎時間60分で目標とする固有抵抗2Ω・cm以上が得られることが分かる。また、解碎時間90分で固有抵抗10Ω・cm以上の値が得られるが、120分まで解碎してもそれ以上の固有抵抗増加の効果は得られず、120分まで、凝集した磁性粉の解碎が完全に終了しているものと考えられる。

【0038】以上の結果から、電気絶縁層の形成以前に磁性粉に解碎処理を行っておくことにより、得られる圧粉磁心の固有抵抗を増加させることができる。解碎時間としては60~120分、より好ましくは90~120分が妥当である。

#### 【0039】

【実施例2】図6は、粒径150μm以下の磁性粉に対し、解碎時間を変えてV型ミキサーで解碎したときの粒\*

#### 圧粉磁心の固有抵抗

10

\*度分布である。解碎時間は、1時間、2時間及び4時間とした。また、比較のために、未処理（原料粉）の磁性粉の粒度分布も示してある。

【0040】図から分かるように、未処理の磁性粉には粒径150μmのものが、35%以上存在するのに対し、解碎処理を施すことで、20%台に減少している。これに伴い、粒径150μm未満の粒子の割合が多くなっている。

#### 【0041】

【実施例3】図7は、粒径150μm以下の磁性粉に対し、ボールミルを用いて4時間解碎したときの粒度分布である。図中、解碎処理1は実施例2（V型ミキサーを用いて4時間解碎）の結果であり、解碎処理2は本実施例での結果である。また、比較のために、未処理（原料粉）の磁性粉の粒度分布も示してある。

【0042】図から分かるように、解碎処理2は、解碎処理1に比べて解碎エネルギーが大きい手法であるので、粒径の大きい磁性粉の割合が減少し、粒径の小さい粒子が多くなっている。

【0043】また表1は、解碎処理1並びに解碎処理2を施したときの固有抵抗の値を示している。絶縁処理の形成以前に、磁性粉の解碎処理を施したもののが高くなることが分かる。

#### 【0044】

#### 【表1】

（単位：Ω・cm）

試料	原料粉末処理	成形体	硬化体
比較材	未処理	79	5.3
		77	6.3
		36 (62)	3.3 (5.0)
	解碎処理1	90	7.3
		128	9.0
		147 (122)	8.5 (8.6)
本発明	解碎処理2	49295	1253
		35278	983
	解碎処理2	66973 (50515)	1903 (1373)

\* ( ) 平均値

#### 【0045】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、電気絶縁層の形成以前に解碎処理を行うことにより、磁性粉の二次凝集が解きほぐされるので、電気絶縁層形成後に熱硬化性樹脂粉を混合しても、その電気絶縁層が剥離したりすることが無く、圧粉磁心に成形したときの渦電流損を小さく抑えることができる。その結果、透磁率が高く、鉄損の小さな圧粉磁心を得ることが可能となる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る圧粉磁心の製造工程を示した流れ図である。

【図2】V型ミキサーの概略構成図である。

【図3】ボールミルの概略構成図である。

【図4】固有抵抗と鉄損との関係を示したグラフである。

【図5】磁性粉の解碎時間と得られる圧粉磁心の固有抵抗との関係を示すグラフである。

【図6】解碎時間をえたときの磁性粉の粒度分布の変化を示した線図である。

【図7】解碎処理装置を変えたときの磁性粉の粒度分布の変化を示した線図である。

#### 【符号の説明】

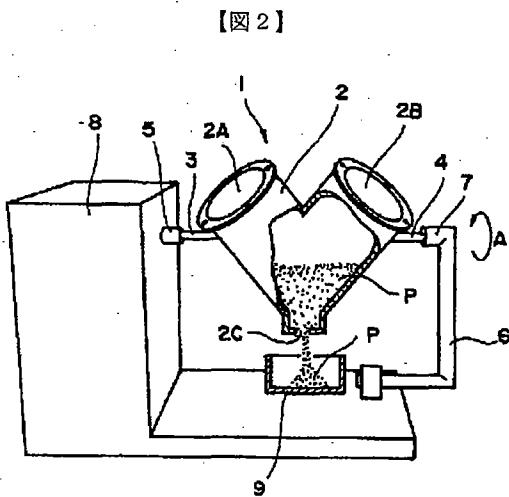
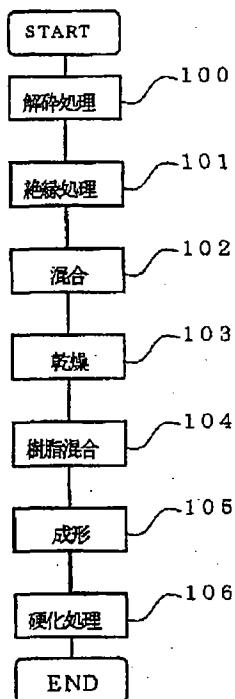
- 1 V型ミキサー
- 2 V型容器
- 3, 4 回転軸
- 5 回転制御部
- 6 回収容器

50 9 回収容器

10 ボールミル  
11 容器  
12 ボール  
13 蓋体

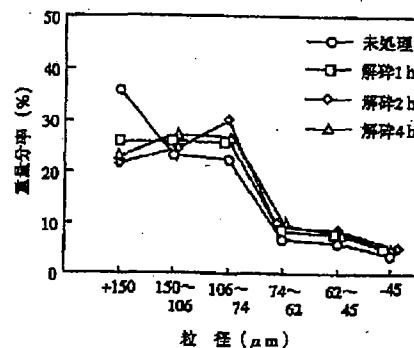
14 回転軸  
15 ガス導入弁  
16 真空弁  
P 磁性粉

【図1】

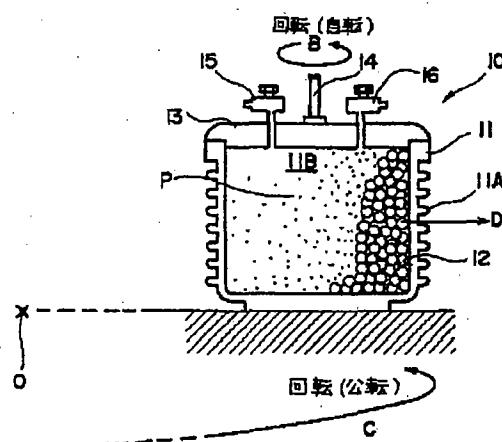


【図2】

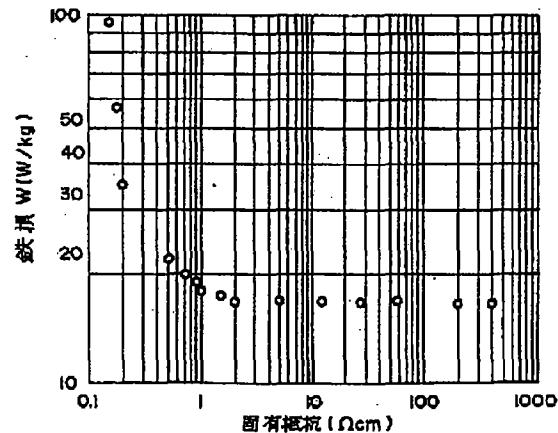
【図6】



【図3】

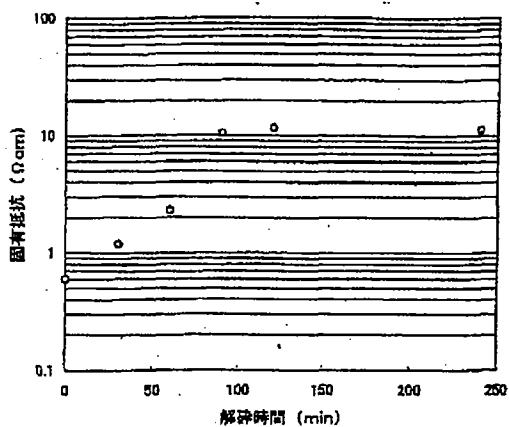


【図4】

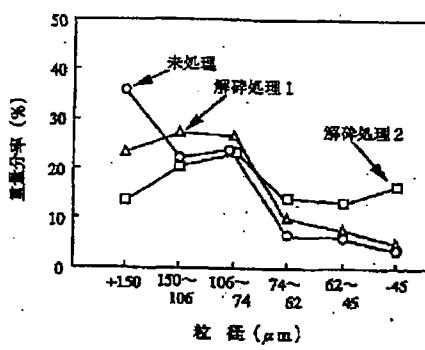


10 : ボールミル  
11 : 容器  
12 : ボール  
13 : 蓋体  
14 : 回転軸  
15 : ガス導入弁  
16 : 真空弁  
P : 磁性粉

【図5】



【図7】



フロントページの続き

(72) 発明者 浅香 一夫

千葉県松戸市稔台520番地 日立粉末冶金  
株式会社内

(72) 発明者 石原 千生

千葉県松戸市稔台520番地 日立粉末冶金  
株式会社内